



DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS

OTTAWA

DÉTERMINATION DE L'ACTIVITÉ HYDRIQUE AU MOYEN DU DECAGON AQUALAB
MODÈLES CX-2 ET SERIES 3

Patti Wilson
Agence canadienne d'inspection des aliments
Région de l'Atlantique
Case postale 1060
Dartmouth, Nouvelle-Écosse
B2Y 3Z7
wilsonpa@inspection.gc.ca

Irene Iugovaz
Direction des aliments
Santé Canada-Région du Québec
1001, St-Laurent Ouest
Longueuil, Québec
J4K 1C7
irene_iugovaz@hc-sc.gc.ca

1. APPLICATION

La présente méthode est applicable à la mesure de l'activité hydrique dans les aliments et les ingrédients alimentaires afin de déterminer s'il y a conformité avec les exigences des articles 4 et 7 de la *Loi sur les aliments et drogues*, de l'article B.27.001 des règlements de la *Loi sur les aliments et drogues* et toute autre réglementation fédérale.

Cette méthode révisée remplace la méthode MFLP-66, datée d'octobre 2001.

2. PRINCIPE

L'activité hydrique joue un rôle important dans la préservation des aliments et le contrôle de la croissance microbienne, particulièrement des agents pathogènes. L'appareil Decagon AquaLab modèles CX-2 et Series 3 utilise la technique du point de rosée sur miroir refroidi afin de mesurer l'activité hydrique d'un produit.

3. DÉFINITIONS DES TERMES

Voir l'annexe A du volume 3, points 1, 2, 3 et 4.

Activité hydrique (a_w) : est le ratio de la tension de vapeur de l'eau dans un système alimentaire sur la tension de vapeur de l'eau pure à la même température.

Établissement d'un équilibre : Lorsque les valeurs a_w de deux lectures présentent un écart inférieur à 0,001, l'instrument a atteint un équilibre et le processus de mesure s'arrête.

Étalon d'humidité (boue) : solution saturée d'un sel d'un pourcentage connu d'humidité relative à une température précise.

Étalon d'humidité commercial : solution saline non saturée ayant une molalité précise représentant une valeur a_w connue.

4. PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Voir l'annexe B du volume 3.

Garder les échantillons scellés afin d'éviter la perte ou le gain d'humidité pendant le transport.

5. APPAREILS ET MATÉRIEL

5.1 Appareils

5.1.1 Les appareils AquaLab modèles CX-2 et Series 3 sont disponibles chez Decagon Devices Inc., P.O. Box 835, 950 NE Nelson Court, Pullman, Washington, É.-U. 99163. Le distributeur canadien est Meyer Service and Supply Ltd., 119, promenade Warner, RR1, Long Sault (Ontario) K0C 1P0.

5.2 Matériel

5.2.1 Sels de référence : qualité réactif ACS, cristaux fins, disponibles d'un fournisseur de produits scientifiques. Consulter le tableau 1 pour une liste des sels de référence qui peuvent être utilisés.

5.2.2 Étalons d'humidité de référence, disponibles chez les distributeurs Decagon.

5.2.3 Coupelles d'échantillonnage jetables disponibles chez Decagon ou l'équivalent.

5.2.4 Conteneurs d'essai - pots en verre de type Mason de 120 ou 240 ml dotés de bouchons qui vissent et de joints d'étanchéité ou l'équivalent.

5.2.5 Trousse de nettoyage AquaLab (facultative).

6. MARCHE À SUIVRE

Les unités d'échantillonnage peuvent être analysées individuellement ou regroupées en composite. Effectuer l'analyse conformément aux instructions suivantes :

6.1 Manipulation des unités d'échantillonnage

6.1.1 Avant l'analyse au laboratoire, sauf dans le cas des aliments stables à température de la pièce, garder les unités d'échantillonnage au réfrigérateur ou au congélateur selon la nature du produit. Faire décongeler les échantillons congelés dans un réfrigérateur, ou pendant une période et à une température qui empêchent la croissance ou la mort des micro-organismes. Maintenir l'intégrité de l'emballage jusqu'au point de mesure afin de prévenir toute perte d'eau qui pourrait modifier l'activité hydrique.

6.1.2 Analyser les unités d'échantillonnage le plus tôt possible après leur arrivée au laboratoire.

6.2 Étalons d'humidité de référence

6.2.1 Les étalons d'humidité certifiés disponibles sur le marché sont préférables.

6.2.2 Pour préparer à l'interne des étalons d'humidité de référence, déposer environ 4 cm du sel de référence choisi dans un contenant d'essai étiqueté. Ajouter graduellement de l'eau distillée en agitant constamment jusqu'à ce que le mélange n'absorbe plus d'eau et qu'il y ait un peu de liquide libre en surface de la boue. Le mélange est alors prêt à utiliser et se garde indéfiniment s'il est contenu de façon à prévenir les pertes importantes par évaporation.

6.2.3 Pour utiliser l'étalon d'humidité de référence interne pour l'AquaLab, utiliser la portion liquide du mélange seulement.

6.2.4 Remplacer les étalons d'humidité achetés ou internes s'ils sont contaminés ou périmés.

CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

La lecture a_w obtenue en mesurant les étalons d'humidité Decagon doit s'établir à $\pm 0,003$ unité a_w de la valeur indiquée de l'étalon.

Pour déterminer la précision des étalons d'humidité non certifiés, utiliser une méthode qui est indépendante de la méthode d'étalonnage afin de produire une vérification significative de la matière étalon. On peut notamment :

1. Envoyer des échantillons à l'insu à un autre laboratoire pour les faire vérifier sur le même type d'appareil a_w .
2. Vérifier des échantillons à l'insu au moyen d'un appareil différent de celui utilisé.
3. Envoyer des échantillons à l'insu à un laboratoire d'étalonnage de l'extérieur pour certifier les étalons.

Les étalons d'humidité certifiés sont meilleurs, si disponibles.

6.3 Étalonage

6.3.1 Il faut procéder à l'étalonnage tous les jours avant de mesurer des échantillons.

6.3.2 Avant l'étalonnage, installer l'AquaLab à un endroit où la température ambiante est stable et utiliser des étalons d'humidité de référence qui se trouvent à la température ambiante.

6.3.3 Utiliser de nouvelles coupelles d'échantillonnage pour les étalons d'humidité de référence. Lorsqu'on procède à une analyse de routine d'aliments, utiliser du NaCl 6M, dont l' $a_w = 0,760$, ou sélectionner un étalon d'humidité de valeur supérieure à la norme NaCl 6M en autant qu'il est de valeur inférieure à la valeur a_w anticipée de l'échantillon mesuré. Seuls les échantillons qui se situent à l'intérieur de l'échelle a_w de cet étalon d'humidité et de l' a_w

de l'eau distillée peuvent être rapportés par une valeur numérique plutôt que par les expressions > que le point supérieur ou < que le point inférieur.

- 6.3.4 Mesurer deux fois la valeur a_w du NaCl 6M ou d'un autre étalon d'humidité tel que décrit au point 6.3.3. Comparer les lectures et les températures avec les valeurs théoriques du tableau 1.
- 6.3.5 Si les lectures de l'étalon d'humidité sont à l'intérieur de l'échelle indiquée, prendre deux lectures a_w de l'eau distillée. Si les lectures de l'eau distillée se situent à l'intérieur de $1,000 \pm 0,003$, l'étalonnage est alors complété.

Si les lectures de l'eau distillée sont incorrectes, nettoyer les capteurs tel que décrit à la section 6.6 et répéter l'étalonnage à partir de 6.3.4.

Conseil : Toujours commencer l'étalonnage/la vérification avec la boue ayant la valeur a_w la moins élevée.

Conseil : Si la valeur hydrique a_w est incorrecte (1,000), utiliser l'eau distillée à la vapeur, dont la valeur est toujours 1,000.

- 6.3.6 Si les lectures de l'étalon d'humidité sont à l'extérieur de l'échelle indiquée, même après une revérification, ajuster la lecture de l'appareil à la bonne valeur. Pour l'AquaLab modèle CX-2, régler avec soin le potentiomètre en utilisant un petit tournevis pour le fixer à la bonne valeur a_w pendant que l'appareil produit une sonnerie continue. Pour l'AquaLab Series 3, utiliser le menu approprié (« linear offset menu ») et, tel qu'indiqué, corriger la valeur a_w à l'aide des clés de fonction.

Répéter l'étalonnage à partir de 6.3.4.

- 6.3.7 Pour vérifier la linéarité de l'étalonnage de chaque capteur, mesurer l' a_w de quatre étalons d'humidité : l'étalon d'humidité supérieur, l'étalon inférieur et deux autres étalons d'humidité dont la valeur a_w se situe entre celles des étalons supérieur et inférieur. Lorsque ces étalons d'humidité supérieur et inférieur sont ajustés tel que décrit ci-haut, mesurer les deux autres étalons d'humidité en double. La vérification de la linéarité devrait être effectuée périodiquement.
- 6.3.8 S'il est impossible de rajuster les étalons d'humidité pour qu'ils soient linéaires, consulter le chapitre sur le dépannage du Manuel d'opération de l'appareil AquaLab. Si la non-linéarité continue, contacter la compagnie Decagon.

6.4 Préparation de l'échantillon

- 6.4.1 Dans la mesure du possible, il faut éviter de manipuler les échantillons afin de ne pas altérer la valeur a_w . Si nécessaire, tailler le matériau de l'échantillon de façon à ce qu'il corresponde à la coupelle d'échantillonnage. Remplir les coupelles d'échantillonnage en plastique jusqu'à la moitié de façon à couvrir la plus grande partie du fond de la coupelle. Prendre soin de ne pas utiliser ses mains directement sur le matériau de l'échantillon. Au besoin, nettoyer les surfaces extérieures (les côtés et le rebord) de la coupelle pour éviter la contamination de la chambre de lecture.

- 6.4.2 Les échantillons ne pouvant être immédiatement analysés à leur arrivée peuvent être conservés. L'unité d'échantillon doit être analysée la journée même de sa préparation. Si l'échantillon n'est pas analysé la même journée, fixer la coupelle/la jonction du couvercle de la coupelle en plastique de l'échantillon contenant ce dernier avec du ruban adhésif, le placer dans un sac en plastique scellé. Enlever le surplus d'air et conserver à la température appropriée.

Pour la conservation à long terme, utiliser des bocaux en verre ou des sacs en mylar. Prendre soin de minimiser l'espace libre afin de réduire la vapeur d'eau et les effets de condensation. Les contenants doivent être conservés dans un congélateur.

Réchauffer au préalable les échantillons réfrigérés et congelés à la température ambiante pour réduire le temps de l'établissement de l'équilibre et obtenir une lecture plus précise. Prendre soin d'éviter que l'échantillon ne perde d'eau.

- 6.4.3 Il faut une préparation spéciale pour les matériaux comme les aliments enrobés, les aliments secs, les aliments hydro-huileux très visqueux (beurre), les aliments riches en gras et les aliments volatiles. Consulter le chapitre sur la préparation des échantillons du Manuel d'opération de l'appareil AquaLab.
- 6.4.4 Dans le cas de produits dans l'huile, verser le produit dans un tamis (ou un appareil similaire) dont la taille des mailles retient la partie solide du produit. Laisser drainer suffisamment pour enlever le plus d'huile possible; s'il reste de l'huile, utiliser un papier absorbant pour en absorber le surplus. **Ne pas sécher**. Mesurer la valeur a_w de la portion solide de l'échantillon.
- 6.4.5 Pour les produits comme le beurre ou d'autres émulsions hydro-huileuses (pesto ou l'équivalent), le temps d'établissement de l'équilibre est grandement prolongé en raison de la présence de lipides, qui nuisent à la diffusion de la vapeur. L'échantillon doit être placé dans une chambre dont la valeur a_w est moins élevée que celle de l'échantillon, ou qui a été séchée avec du desséchant avant la mesure. Il faut parfois trois lectures de ce type de produit pour atteindre l'échelle de $\pm 0,003$.

6.5 Mesure de l'échantillon

- 6.5.1 Tourner le bouton du tiroir à échantillon à la position d'ouverture/de chargement (« Open/Load ») et ouvrir le tiroir à échantillon. Placer la coupelle de l'échantillon préparé dans le tiroir et le refermer en faisant attention pour ne pas perdre de liquide.
- 6.5.2 Tourner le bouton à la position de lecture (« Read ») pour sceller la coupelle de l'échantillon dans la chambre et commencer le cycle de lecture. Lorsque l'instrument commence à sonner et/ou que les points décimaux ou l'affichage à cristaux liquides clignotent, la lecture est terminée. L'affichage indique la mesure finale de la valeur a_w et de la température.
- 6.5.3 Mesurer la valeur a_w de chaque échantillon en double en effectuant deux (2) fois la lecture de la même coupelle. [remplacer : *Chaque échantillon doit être analysé en double (mesure de la valeur a_w)*].
- 6.5.4 Pour des avertissements, des conseils et des messages affichés, consulter le chapitre sur la lecture du Manuel d'opération AquaLab.
- 6.5.5 Noter la valeur a_w de l'échantillon ainsi que la température sur la feuille de laboratoire prévue à cette fin.

Conseil : Pour minimiser le temps de lecture, commencer par la lecture des aliments plus secs et terminer par celle des plus humides.

Conseil : Vérifier la stabilité de l'étalonnage en mesurant la valeur a_w de l'eau distillée après celle de chaque type d'aliment et/ou à la fin de la journée.

- 6.5.6 Indiquer les valeurs a_w de l'échantillon en utilisant les trois décimales. Déterminer la moyenne des lectures avec les trois décimales, puis noter la moyenne finale en l'arrondissant à deux décimales.

Il est à noter que seuls les échantillons qui se situent à l'intérieur de l'échelle a_w de l'étalon d'humidité et de l' a_w de l'eau distillée peuvent être rapportés par une valeur numérique plutôt que par les expressions > que le point supérieur ou < que le point inférieur.

6.6 Nettoyage et entretien

- 6.6.1 Les procédures de nettoyage des capteurs de la chambre et du filtre de ventilateur figurent au chapitre sur le nettoyage et l'entretien du Manuel d'opération AquaLab.
- 6.6.2 Revérifier l'étalonnage après le nettoyage, tel que décrit à la section 6.3.

7. Références

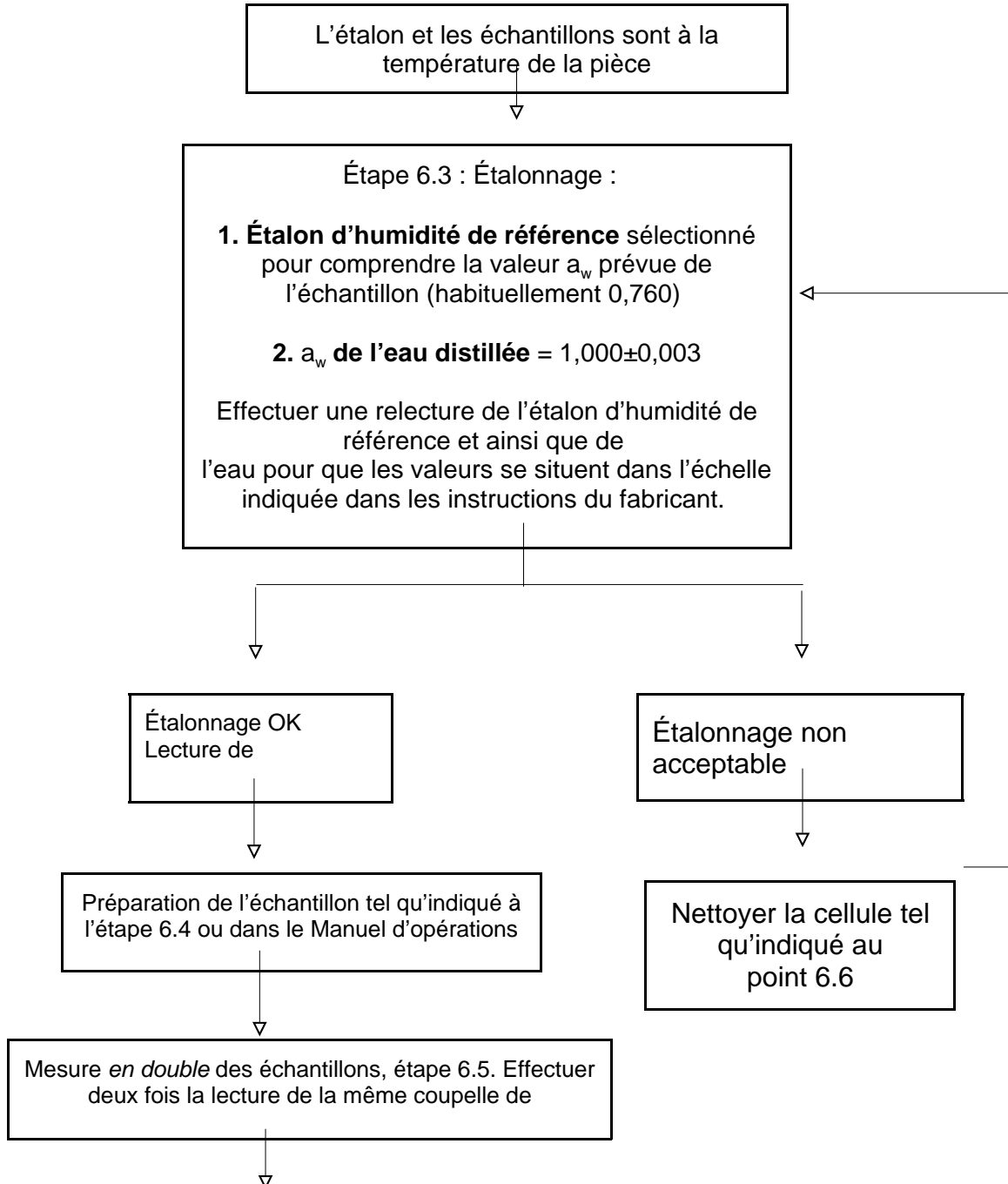
- 7.1 Manuel d'opérations du modèle CX-2 AquaLab. Decagon Devices Inc., Pullman, Washington, États-Unis, 99163.
- 7.2 Manuel d'opérations du modèle Series 3 AquaLab. Decagon Devices Inc., Pullman, Washington, États-Unis, 99163.
- 7.3 Decagon Device inc, 2004, Sample preparation , Water Activity News. p.1,6.
- 7.4 FONTANA, Anthony J., Decagon Device Inc, Personal communication.
- 7.5 GREENSPAN, L. 1977. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. *Journal of Research of the National Bureau of Standards- A physics and Chemistry* 81A, pp. 89-96.
- 7.6 Measurement of water activity (A_w) and acidity , 1992. Compendium of methods for the microbiological examination of foods. American Public Health Association, 3^e édition, pp. 135-154.
- 7.7 ROBINSON, R.A. et R.H. STOKES. 1965 Electrolyte solutions: the Measurement and Interpretation of Conductance, Chemical Potential, and Diffusion in Solution of Simple Electrolytes. London. Butterworth.
- 7.8 STOLOFF, L. 1978. Calibration of Water Activity Measuring Instruments and Devices: Collaborative Study. *JAOAC*. 61, pp. 1166-1178.
- 7.9 STROUP, W. H. et J. T. PEELER, 1987. Evaluation of Precision Estimates for Fiber-Dimensional and Electrical Hygrometers for Water Activity Determinations. *JAOAC*. 70, pp. 955-957.

- 7.10 TROLLER, J. A., 1977. Statistical Analysis of a_w Measurements Obtained with the Sina Scope. *Journal of Food Science*, 42, pp. 86-90.
- 7.11 Water Activity of Canned Vegetables, 1990. Official Methods of Analysis - AOAC - 15^e édition, pp. 987-988.

TABLEAU I. Activité hydrique des boues et sels de référence (7.1, 7.2, 7.3, 7.6, 7.7, 7.11)

Sel	a_w à 20 °C	a_w à 25 °C
LiCl	0,113 ± 0,003	0,113 ± 0,003
13,41M LiCl	0,245 ± 0,003	0,250 ± 0,003
MgCl ₂	0,331 ± 0,002	0,328 ± 0,002
K ₂ CO ₃	0,432 ± 0,003	0,432 ± 0,004
8,57M LiCl	0,496 ± 0,003	0,500 ± 0,003
Mg(NO ₃) ₂	0,544 ± 0,002	0,529 ± 0,002
NaBr	0,591 ± 0,004	0,576 ± 0,004
6,0M NaCl	0,760 ± 0,003	0,760 ± 0,003
KBr	0,817 ± 0,002	0,809 ± 0,002
KCl	0,851 ± 0,003	0,843 ± 0,003
KNO ₃	0,946 ± 0,007	0,936 ± 0,006
K ₂ SO ₄	0,976 ± 0,005	0,973 ± 0,005
0,5M KCl	0,984 ± 0,003	0,984 ± 0,003
H ₂ O distillée	1	1

MFLP-66 DÉTERMINATION DE L'ACTIVITÉ DE L'EAU AU MOYEN DE LA MÉTHODE DECAGON
AQUALAB CX2 ET SERIES 3



Notation : Incrire la valeur a_w de l'échantillon avec trois (3) décimales.
Déterminer de la moyenne de plusieurs lectures avec trois (3) décimales.

- Arrondir à deux décimales la valeur moyenne finale ou le résultat final.
- La valeur a_w de l'échantillon comprise dans l'échelle de valeur a_w de l'étalon d'humidité utilisé et la valeur a_w de l'eau sont indiquées sous forme de valeur numérique. Les valeurs à l'extérieur de l'échelle des valeurs doivent être indiquées comme tel.